



भारत का राजपत्र The Gazette of India

असाधारण
EXTRAORDINARY

भाग II—खण्ड 3—उप-खण्ड (i)
PART II—Section 3—Sub-section (i)

प्राधिकार से प्रकाशित
PUBLISHED BY AUTHORITY

सं० 492]
No. 492]

नई दिल्ली, मंगलवार, अक्तूबर 21, 1986/आश्विन 29, 1908
NEW DELHI, TUESDAY, OCTOBER 21, 1986/ASVINA 29, 1908

इस भाग में भिन्न पृष्ठ संख्या दी जाती है जिससे कि यह अलग संकलन के रूप में
रखा जा सके

Separate Paging is given to this Part in order that it may be filed as a
a separate compilation

कृषि मंत्रालय

(कृषि और सहकारिता विभाग)

नई दिल्ली, 21 अक्टूबर, 1986

आदेश

सा.का.नि. 1160 (अ).—केन्द्रीय सरकार, आवश्यक
पदार्थ अधिनियम, 1955 (1955 का 10) की धारा 3
द्वारा प्रदत्त शक्तियों का प्रयोग करते हुए, उर्वरक (नियंत्रण)
आदेश, 1985 का और संशोधन करने के लिए निम्नलिखित
आदेश करती है, अर्थात् :—

1. (1) इस आदेश का नाम उर्वरक (नियंत्रण) (तीसरा
संशोधन) आदेश, 1986 है।

(2) यह राजपत्र में प्रकाशन की तारीख को प्रवृत्त
होगा।

2. (1) उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 की (जिसे
इसमें इसके पश्चात् उक्त आदेश कहा गया है) अनुसूची 1 में,
(i) शीर्षक "भाग-क उर्वरकों के विनिर्देश और उप-शीर्षक"।

(च) सूक्ष्मपोषक के तीव्र क्रम में 2 और उससे संबंधित
प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम संख्यांक और
प्रविष्टियां अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात् :—

| उर्वरक का नाम | विनिर्देश |
|--|---|
| 1 | 2 |
| "3 मिट्टी में उपयोजन के लिए बोरक्स (सोडियम टेट्राबोरेट) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) | (i) भार के आधार पर (B) के रूप में बोरॉन के अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 10.5 भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) pH 9.0—9.5 (iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसा का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 |

| 1 | 2 | 1 | 2 |
|--|---|--|---|
| 4. फोलियर स्प्रे के लिए सोलुबर ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) | (i) भार के आधार पर (B के रूप में) बोरोन के अंश का प्रतिशत न्यूनतम 19.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 | (v) pH 3.5 से अन्यून (vi) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 | |
| 5. तांबा सल्फेट ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) | (i) भार के आधार पर (Cu के रूप में) तांबे का प्रतिशत, न्यूनतम 24.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में) अभिव्यक्त) विलेय लौह और एलुमिनियम मिश्रण का प्रतिशत, अधिकतम 0.5 (iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (v) PH 3.0 से अन्यून | 7. प्रमोनियम मोलिब्डेट [(NH_4) $_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] (i) भार के आधार पर (Mo के रूप में) मोलिब्डेनम का प्रतिशत, न्यूनतम 52.0 (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 | |
| 6. फेरस सल्फेट ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) | (i) भार के आधार पर (Fe के रूप में) फेरस लौह का प्रतिशत न्यूनतम 19.0 (ii) भार के आधार पर (H_2SO_4 के रूप में) अभिश्रित अम्ल (फी एसिड) का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में) फेरिक लौह का प्रतिशत अधिकतम 0.5 (iv) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम 1.0 | 8. Zn-ई.डी.टी.ए. (i) रूप-सुप्रवाही रवेदार/वृण के रूप में विलेटेड जस्ता (ii) Zn-ई डी टी ए के रूप में भार के आधार पर (Zn के रूप में अभिव्यक्त) जस्ता अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 12.0 (iii) भार के आधार पर (pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (iv) pH 6-6.5 | |
| | | 9. Fe-ई.डी.टी.ए. (i) रूप सुप्रवाही रवेदार/वृण के रूप में विलेटेड लौह (ii) Fe-ई.डी.टी.ए. के रूप में भार के आधार पर (Fe के रूप में अभिव्यक्त) लौह अंश का प्रतिशत, न्यूनतम 12.0 (iii) भार के आधार पर (pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम 0.003 (iv) pH 5.5-6.5 | |

(2) शीर्षक "भाग-ख-विभिन्न उर्वरकों के लिए पोषक-पोषक की सहन सीमा" के नीचे, क्रम सं. 4 और उससे संबंधित

प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम से और प्रविष्टियों जोड़ी जाएंगी, अर्थात् :—

5. बोरक्त, चिलेटेड जस्ता—

और चिलेटेड लौह—ई.डी.टी.ए. 0.1

6. सोलुबल तांबा सल्फेट, जस्ता सल्फेट
मैगनीज सल्फेट और फेरस सल्फेट के लिए 0.2

7. अमोनियम सोल्वेट के लिए 0.5"

(3) उक्त आदेश, की अनुसूची-2 में शीर्षक "भाग-ख उर्वरकों के विश्लेषण की पद्धति" के नीचे—

(1) उप शीर्षक "7 जिक सल्फेट, कृषि श्रेणी के विश्लेषण की पद्धति" के नीचे,

क्रम सं० (iii) और उससे संबंधित प्रविष्टियों के स्थान पर निम्नलिखित क्रम संक्रांक और प्रविष्टियां रखी जाएंगी, अर्थात् :—

"(iii) उपांतरित ई.डी.टी.ए. अनुमापन पद्धति द्वारा जस्ता सल्फेट में जस्ते का अवधारण :—

(क) अभिकर्मक

(1) ई.डी.टी.ए. विलयन:

3.72 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डायमाइन टेट्रा-एक्सेटेट डाइहाइड्रेट को आसुत जल में घोले और 1 लिटर तक आयतन बनाएं।

(2) मानक जस्ता विलयन:

लगभग 1.0 ग्राम जस्ता धातु तोलें और भार को सही रूप में अभिलिखित करें। इसे ड्रॉप के रूप में प्रकट करें। जस्ता धातु के प्रति ग्राम 20/मिली लिटर के हिसाब से HCl(1:1) मिलाएं। इसे कुछ घंटों के लिए रखें और पूरी तरह से घुल जाने दें। विलयन आयतन ठीक-ठीक 1000 मि.लि. तक बनाएं।

(3) अमोनियम हाइड्रोब्रॉमाइड (20%) (मि./मी.)

(4) अमोनियम क्लोराइड—ए.आर. ग्रेड लवण

(5) *सोडियम साइनाइड—ए.आर./जी.आर. ग्रेड लवण

(6) एरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर
1 ग्राम एरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर को 100 ग्राम ए. (ए.आर.) ग्रेड सोडियम क्लोराइड में अच्छी तरह से मिलाइए

(7) फार्मलडिहाइड एसिटिक अम्ल विलयन (4%)
लगभग 100 मि.लि. आसुत जल में 100 मि.लि. फार्मलडिहाइड (37-40%) घोलें। 40 मि.लि. ग्लेसियल एसिटिक अम्ल मिलाइए और आसुत जल से 1 लिटर तक आयतन बनाएं।

*पूर्ण जानकारी से उपयोग करें।

(8) हाइड्रोक्सी लेमाइन हाइड्रोक्लोराइड:

ए.आर. ग्रेड ठोस लवण

टिप्पणी: आसुत जल से कांच का आसुत जल अभिप्रेत है।

(ख) प्रक्रिया:

(1) ई.डी.टी.ए. विलयन का मानकीकरण:

(अ) 10 मि.लि. जस्ता धातु का (मानक) विलयन लें।

(आ) लगभग 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड तथा 30 मि.लि. अमोनियम हाइड्रो-ब्रॉमाइड विलयन (20%) मिलाएं।

(इ) लगभग 30 मि.लि. आसुत जल मिला कर इसे तनु करें।

(ई) चुटकी भर [एरिओक्रोम ब्लैक (टी)] इंडिकेटर मिक्सचर मिलाइए। यह लाल रंग देगा।

(उ) स्पष्ट ब्लू एंड प्वाइंट प्राप्त करने के लिए इसका ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ अनुमापन करें।

बो. मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(2) नमूनों में जस्ते का अनुमान:

(अ) दिए गए 1.0 ग्राम जस्ता सल्फेट के नमूने की ठीक-ठीक तोलें और इसे अनुमापी फ्लास्क में 100 मि.लि. आसुत जल में घोलें।

(आ) बीकर में 10 मि.लि. एलिकोट लें। 0.1 ग्राम हाइड्रोक्सी लेमाइन हाइड्रोक्लोराइड और 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं।

(इ) सोडियम साइनाइड की थोड़ी मात्रा सावधानी से मिलाएं। सफेद अवक्षेप दिखाई देगा। सोडियम साइनाइड तब तक मिलाते रहें जब तक कि हाथ से बीकर घुमाते समय सफेद अवक्षेप विलीन न हो जाए। लगभग 0.5 ग्राम अतिरिक्त सोडियम साइनाइड मिलाएं।

(ई) लगभग 30 मि.लि. अमोनियम हाइड्रोब्रॉमाइड (20%) मिला करके, इसे तनु करें और लगभग 30 मि.लि. आसुत जल मिलाएं।

(उ) चुटकी भर एरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर मिलाएं। यह लाल रंग देगा।

(ऊ) ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ तब तक अनुमापन करते रहें जब तक यह बैंगनी रंग में न बदल जाए। V_2 (मि.लि./लि.) के रूप में उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(ए) उपर्युक्त अनुमापन किए गए विलयन में 20 मि.लि. फार्मलडिहाइड-एसिटिक अमल

विलयन मिजाएँ और अच्छी तरह से मिला लें।
लाल रंग फिर से दिखाई देगा।

- (ए) लाल आभारहित ब्लू एंड, प्वाइंट प्राप्त करने के लिए ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ इसका अनुमापन करें V_3 मि.लि. के रूप में दूसरे अनुमापन में उपयोग की गई ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

संगणना :

$$\text{जस्ता } \% = \frac{10 \times V_3 \times W}{V_1}$$

W = मानक जस्ता विलयन को तैयार करने हेतु लिए गए जस्ता धातु के टुकड़े का ग्राम में तोल।

$V_1 = 10$ मि.लि. जस्ता धातु विलयन के लिए उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. विलयन का (मि.लि.) में आयतन।

V_3 = दूसरे अनुमापन के लिए उपयोग किए गए ई.डी.टी.ए. विलयन (मि.लि.में) का आयतन

- (ii) उप-शीर्षक "10. मैंगनीज सल्फेट कृपि श्रणी विशेषण की आनुकूलिक पद्धति" और उसमें संबंधित क्रम संख्यांक तथा प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित उपशीर्षक, क्रम संख्यांक और प्रविष्टियाँ अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात् :—

"11. बोरैक्स (सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहाइड्रेट उर्वरक) को विश्लेषण पद्धति :

- (i) अभिकर्मकों की क्वालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हों, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत जल का उपयोग किया जाएगा :

टिप्पणी : शुद्ध रसायनों से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषणों के परिणामों को प्रभावित करते हैं।

- (ii) बोरोन का अवधारण :

(अ) परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पद्धति

- (क) अभिकर्मक :

- (1) मानक बोरोन विलयन :

साफ वाच ग्लास पर ए. आर. ग्रेड का 44.095 ग्राम सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहाइड्रेट तोलें और इसे फनल के जरिए एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें।

कांच के आसुत जल से वाच-ग्लास और फनल को कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। फ्लास्क

में डाट लगाकर विलयन की अच्छी तरह से हिलाएं। यह 5000 पी पी एम बोरोन का विलयन है, जिसे इसके पश्चात् मानक "ए" कहा जाएगा। यह विलयन आगे प्रयोग करने के लिए साफ बॉतल में रखा जाना चाहिए।

- (2) कार्यकारी मानकों को तैयार करना :

मानक "ए" के निम्नलिखित आयतन को 50 मि लि अंकित अनुमापी फ्लास्कों में पिपेट करें और जल के साथ आयतन बनाएं :

फ्लास्क लिए गए मानक "ए" 50 मि.लि. तक आयतन सं. का आयतन (मि.लि.) बनाने के पश्चात् बोरोन का सांद्रण (पी.पी.एम)

| | | |
|----|------|------|
| 1. | 0.0 | 0.0 |
| 2. | 4.0 | 400 |
| 3. | 6.0 | 600 |
| 4. | 8.0 | 800 |
| 5. | 10.0 | 1000 |
| 6. | 12.0 | 1200 |
| 7. | 14.0 | 1400 |
| 8. | 16.0 | 1600 |

(ख) प्रक्रिया :

- (1) नमूना विलयन तैयार करना :

एक साफ वाच ग्लास पर 2,500 ग्राम पदार्थ तोलें और इसे मात्रा अनुसार फनल के जरिए 250 मि. लि. वाले अनुमापी फ्लास्क में जल से बार-बार प्रक्षाल करके अवस्थित करें। आयतन तैयार करें, फ्लास्क में डाट लगाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।

- (2) विलयन को ज्वलित करना :

माइट्रस आक्साइड एसोटिलोन ज्वलन का उपयोग करते हुए 249.8 एन एम के तरंगदैर्घ्य पर परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर मानकों और नमूना विलयन ज्वलित करें।

संगणना :

एकस अक्ष पर उनके संबंधित बोरोन सांद्रण के मुकाबले में बाई अक्ष पर अवशोषण मान का अलेखन करके बोरोन विलयनों के सात सांद्रण का मानक वक्र तैयार करें। मानक वक्र से प्राप्त बोरोन सांद्रण मान को 0.01 द्वारा गुणा करके दिए गए नमूने में बोरोन का प्रतिशत संगणित करें।

उदाहरण :

| | |
|------------------------|--|
| उर्वरक के नमूने का भार | = 250 ग्राम |
| बनाया गया आयतन | = 250 मि. लि |
| तनुकरण घटक | = 250 |
| | $\frac{\text{---} \times 100}{\text{---}}$ |
| | 2.5 |

परमाण्वीय अवशोषण नमूने का पाठ्यांक = वाई
वाई अवशोषण के मुकाबले में मानक वर्क से बोरोन का
तत्संबंधी सांद्र मान = नमूने में
बोरोन की एक्स पी पी एम प्रतिशतता = 0.01 एक्स

(घा) टिट्रिमेट्रिक पद्धति

(क) पद्धति की रूप रेखा : बोरैक्स का अवधारण पहले
हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के साथ इसे बोरिक अम्ल में संपरिवर्तित
करके और फिर मैनिटोल या सारबिटोल के साथ बोरिक
अम्ल मिलाने के पश्चात् सोडियम हाइड्रोक्साइड विलयन
के मुकाबले में अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

- (1) मानक हाइड्रोक्लोरिक अम्ल — 0.5 एन
- (2) मानक सोडियम हाइड्रोक्साइड = 1.0 एन
- (3) मेथाइल रेड इंडिकेटर — 60 मि. लि. परिशोधित
स्फिरिट में 0.1 ग्राम पदार्थ घोलें और 300
मि. लि. तक जल से तनु करें।
- (4) फिनोलफथेन इंडिकेटर—100 मि. लि. परिशोधित
स्फिरिट में 1 ग्राम पदार्थ घोलें
- (5) मैनिटोल में या सारबिटोल।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 60 मि. लि. जल में ठीक-ठीक सोले गए 3.0
ग्राम पदार्थ घोलें और सूक्ष्म के रूप में मेथाइल लाल
विटान का प्रयोग करते हुए हाइड्रोक्लोरिक
अम्ल से अनुमापन करें।
- (2) विलयन को उबालें और ठंडा करें।
- (3) 20 ग्राम मैनिटोल या सारबिटोल मिलाएं और
सूक्ष्म के रूप में फिनोलफथेन विलयन का प्रयोग
करते हुए सोडियम हाइड्रोक्साइड से अनुमापन करें।

संगणना :

भार के आधार पर बोरोन के ग्रंथ का प्रतिशत = 1.0819

बी ऐन

डब्ल्यू

बी = प्रयोग किए गए मानक सोडियम हाइड्रोक्साइड का
मि. लि. में आयतन

एन = सोडियम हाइड्रोक्साइड की प्रसामान्यता और
डब्ल्यू = परीक्षण हेतु लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार
(संदर्भ — आई. एस. आई. — 1109 = 1980)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण : बेंसा ही जैसा
पद्धति सं. 8 (7) (क) में है।

(iv) (pH) का अवधारण :

जल में 3.8 ग्राम पदार्थ घोलें और इसे 100 मि. लि.
तक बनाएं। कांच के इलेक्ट्रोड का प्रयोग करके उपयुक्त
पीएच मीटर की सहायता से विलयन के पीएच मान को
मापें।

(v) संले का अवधारण :

बेंसा ही जैसा पद्धति सं. 8 (v) में है अस्ता सल्फेट
के स्थान पर बोरैक्स का प्रयोग करें।

12. तांबा सल्फेट उर्वरक के विश्लेषण की पद्धति
 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

(1) अभिकर्मकों की ब्वालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध
रसायनों और कांच के आमुत या विखनिजित जल का उप-
योग किया जाएगा।

टिप्पण : "शुद्ध रसायनों" से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं, जिनमें
ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट हैं, जो विश्लेषण के परिणामों
को प्रभावित करते हैं। विखनिजित जल से ऐसा
जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय
रेजिन या मिश्रित घनायन ऋणायन विनिमय रेजिन
के माध्यम से आमुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त
होता है।

(2) तांबे का अवधारण

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पद्धति

(क) अभिकर्मक : जैसा कि 8 (iv) (क) (1) (2) और
(3) में विनिर्दिष्ट है।

(ख) प्रक्रिया :

(1) एक साफ वाच ग्लास पर 0.25 ग्राम सामग्री
तोले और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी
प्लास्क में कांच के आमुत जल से बार-बार प्रक्षाल करके
आन्तरिक करें। 10 प्रतिशत सल्फ्यूरिक अम्ल का एक मि.
लि. मिलाएं और आयतन तैयार करें।

(2) 500 मि. लि. अनुमापी प्लास्क में तैयार किए
गए विलयन का 5 मि. लि. लें और आयतन तैयार करें।
विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ प्लास्क
में व्हाटमैन सं. 42 फिल्टर पत्र के माध्यम से छान ले
प्लास्क को 10 से 15 मि. लि. फिल्टरित के द्वारा प्रक्षालित
करना चाहिए और फिर फिल्टर करते रहें।

(3) विलयन को ज्वलित करना : वायु एसेटोली ज्वाला
का प्रयोग करके 324.8 एन. एम. तरंग दैर्घ्य पर परमाण्वीय
अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर मानकों और छाने हुए
नमूनों को ज्वलित करें।

संगणना : तांबा विलयन के ज्ञात सांद्रणों का एक मानक वक्र,
एक्स = अक्ष पर संबंधित सांद्रण मान के मुकाबले में वाई—अक्ष
पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

नमूने में तांबे का प्रतिशत = 10 एक्स

जहाँ डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का
ग्राम में भार

एक्स — ग्राफ से अवधारित के रूप में (पी. पी.
एम. में) तांबे का सांद्रण

(आ) आयोडोमिति अनुमापन पद्धति

(क) पद्धति की रूपरेखा :

तांबे का अवधारण पोटेसियम आयोडाइड को मिलाकर और मानक सोडियम थियो - सल्फेट विलयन के मुकाबले निकाले गए आयोडिन का अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

- (1) सोडियम कार्बोनेट = ए ग्राम ग्रेड
- (2) पोटेसियम आयोडाइड = ए ग्राम क्रिस्टल
- (3) ऐसीटिक अम्ल = ए ग्राम ग्रेड
- (4) मानक सोडियम थियो सल्फेट विलयन
0.1 एम
- (5) स्टार्च सूचक विलयन = 5 ग्राम स्टार्च और 0.01 ग्राम मरक्यूरिक आयोडाइड की 30 मि. लि. ठंडे जल के साथ घोलें और इसे एक लिटर उबलते जल में धीरे-धीरे हिलाते हुए डालें। तीस मिनट तक उबालें : ठंडा होने दें और अधिप्लवि स्वच्छ द्रव का निस्तार करें।

(6) पोटेसियम थियोसाइनेट क्रिस्टल

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 50 मि. लि. जल में (ठीक तोल गए परीक्षण नमूने का लगभग 1 ग्राम घोलें।
- (2) एक चुटकी सोडियम कार्बोनेट तब तक मिलाएं जब तक कि हल्का आयिलता दिखाई न दें। उसके पश्चात् 5 मि. लि. ऐसीटिक अम्ल 3 ग्राम पोटेसियम आयोडाइड मिलाएं और सूचक के रूप में स्टार्च का प्रयोग करके सोडियम थियोसल्फेट विलयन के साथ निकाले गए आयोडिन का तब तक अनुमापन करें जब तक कि केवल हल्का नीला रंग न रह जाए।

(3) लगभग 2 ग्राम पोटेसियम थियोसाइनेट मिलाएं, हिलाएं और तब तक अनुमापन करते रहें जब तक कि नीला रंग बिलीन न हो जाए।

संगणना :

$$\text{तांबा द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत} = \frac{6.35 \text{ बी.एन. एम}}{\text{एम}}$$

जहां बी : मानक सोडियम थियोसल्फेट विलयन का मि. लि में आयतन।

एन = मानक थियोसल्फेट विलयन की सामान्यता और
एम = परीक्षण के लिए लिए गये नमूने का ग्राम द्रव्यमान।

[संदर्भ : आई.एस. 261 (1982)]

(iii) सीसे (Pb) का अवधारण :

बेसा ही जैसा पद्धति सं. 8(V) में है।

अस्ता के स्थान पर तांबा सल्फेट का प्रयोग करें।

(iv) विलेय लौह और एल्यूमिनियम मिश्रण का अवधारण (Fe के रूप में अभिव्यक्त)

(क) पद्धति की रूपरेखा लौह और एल्यूमिनियम का अनो-नियम हाइड्रोब्राक्साइड के साथ अवशोषण करके भारात्मक रूप से अवधारण किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

1. सांद्रित नाइट्रिक अम्ल—ए ग्राम ग्रेड
2. अनोनियम फ्लोराइड—ए ग्राम ग्रेड
3. अनोनियम हाइड्रोब्राक्साइड—लगभग 15 प्रतिशत $\text{NH}_3(\text{M/V})$ तनु करें।
4. हाइड्रोक्लोरिक अम्ल—33 प्रतिशत (M/V) तनु करें।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 10 ग्राम परीक्षण नमूने लें और 25 मि. लि. जल, 2 मि. लि. नाइट्रिक अम्ल और 5 ग्राम अनोनियम फ्लोराइड मिलाएं।
- (2) अनोनियम हाइड्रोब्राक्साइड विलयन मिलाकर विलयनों को क्षारीय बनाएं।
- (3) अधिक अनोनियम हाइड्रोब्राक्साइड यदि आवश्यक हो तो मिलाकर विलयन को क्षारीय बनाएं रखो हुए इसे जल उष्मक पर तब तक रखें जब तक कि अवशोषण प्रारंभ हो जाए।
- (4) अवशिष्ट को छानें और तनूकरण अनोनियम हाइड्रोब्राक्साइड से प्रक्षाल करें।
- (5) अवशिष्ट को गर्म तनूकरण हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में धोलें।
- (6) अनोनियम हाइड्रोब्राक्साइड मिलाकर विलयन को पुनः क्षारीय बनाएं और अवशोषण को स्थिर होने दें।
- (7) अवशिष्ट को छानें और जल से प्रक्षाल करें।
- (8) अवशिष्ट को सुखाकर जलाएं और अब तक तोड़ें जब तक कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संगणना :

विलेय लौह और एल्यूमिनियम मिश्रण

(Fe के रूप में) द्रव्यमान के

आधार पर प्रतिशत

70 एम₁

एम₂

जहां एम₁—प्राप्त अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान

(एम₂ = परीक्षण के लिए लिये गये नमूने का ग्राम में द्रव्यमान)

(संदर्भ : आई. एस. : 261—1982)

(5) जल में अवशेष पदार्थ का अवधारण

(क) अभिकर्मक:

(क) सान्द्रित सल्फ्यूरिक अम्ल = ए ग्राम घेड

(ख) प्रक्रिया:

लगभग 10 ग्राम परीक्षण नमूना ठीक-ठीक तोलें और इसे 100 मि. लि. जल में घोलें 3 मि. लि. सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएं और सामान्य ताप पर पूरी तरह से हिलाएं। आघेय भारित फिल्टर पत्र या आघेय भारित सिडरित कांच के क्रूसिबल (जी. एम. 4) के जरिए छान लें। जल से अवशिष्ट को तब तक प्रक्षालन करें जब तक कि यह अम्ल से मुक्त न हो जाए। 105° से 110° सेंटीग्रेड पर बनाए रखे गए भट्ठी पर फिल्टर पत्र या क्रूसिबल को तब तक सुखाएं कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संगणना:

अवशेष पदार्थ द्रव्यमान के

$$एम_1 \times 100$$

आधार पर प्रतिशत =

$$\frac{एम_2}{एम_1}$$

एम₁ = प्राप्त किये गये अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान
एम₂ = परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में द्रव्यमान

एम = प्राप्त किये गए अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान

(vi) pH का अवधारण:

(क) प्रक्रिया:

जल में 5 ग्राम परीक्षण नमूना घोलें और 100 मि. लि. तक आयतन बनाएं। उपयुक्त पो एन मीटर का प्रयोग करके कांच के इलेक्ट्रोड से pH का अवधारण करें।

13. फेरस सल्फेट के विश्लेषण की पद्धति
(हेप्टाहाइड्रेट (FeSO₄ · 7H₂O))

(i) अभिकर्मकों की ब्वालिटी—जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हों, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के धातु या विखनिजित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पण: “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें से ऐसे अप्रत्यक्ष अन्तर्निष्ठ नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। विखनिजित जल से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घमायन और ऋणायन विभिन्न रेजिन या मिश्रित घमायन—ऋणायन विभिन्न रेजिन के माध्यम से धातु जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) फेरस लौह का अवधारण

(क) पद्धति की रूपरेखा—फेरस लौह के अंश का अवधारण मानक पोर्टेशियम परमैंगनेट विलयन के साथ अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक:—

- (1) तनुकरण सल्फ्यूरिक अम्ल लगभग 4 एन।
- (2) मानक पोर्टेशियम परमैंगनेट विलयन—0.1 एन।
- (3) आर्थोकोस्फोरिक अम्ल।

(ग) प्रक्रिया

- (1) तयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक ठीक तोलें और इसे जल में घोलें।
- (2) तनुकरण सल्फ्यूरिक अम्ल का 1 से 2 मि. लि. मिलाएं और अनुमापी फ्लास्क में विलयन को 250 मि. लि. तक बनाएं।
- (3) किसी फ्लास्क में इस विलयन का ठीक ठीक 50 मि. लि. पिपेट कर लें।
- (4) 10 मि. लि. तनुकरण सल्फ्यूरिक अम्ल और 2 मि. लि. आर्थोकोस्फोरिक अम्ल मिलाएं और मानक पोर्टेशियम परमैंगनेट विलयन के साथ अनुमापन करें।

संगणना:—

फेरस लौह, भार के

$$27.92 \text{ बो. एन.}$$

आधार पर प्रतिशत =

$$\frac{डब्ल्यू}{जहाँ बी}$$

जहाँ बी = प्रयुक्त मानक पोर्टेशियम परमैंगनेट का आयतन एन = मानक पोर्टेशियम परमैंगनेट विलयन की प्रसामान्यता।
डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में भार (संदर्भ: आईएस-262-1982)

(iii) कुल लौह का अवधारण:—

(अ) पोर्टेशियम डाइक्रोमेट का प्रयोग करके डाइक्रोमेट्रिक पद्धति।

(क) पद्धति की रूपरेखा: कुल लौह का अवधारण स्टैनस क्लोराइड से फेरिक लौह कम करके और फिर कुल फेरस लौह का मानक पोर्टेशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक:

- (1) सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अम्ल।
- (2) स्टैनस क्लोराइड विलयन—6.0 ग्राम स्टैनस क्लोराइड क्रिस्टल (SnCl₄ · 2H₂O)

60 मि. लि. सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें और जल से तनु करके इसे 100 मि. लि. तक बना लें। इस विलयन को डांट लगी हुई बोतल में रखें।

- (3) मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन—
संतृप्त ।
- (4) सान्द्रित सलफ्यूरिक अम्ल ।
- (5) डाइफिनाइलमोन सूक्ष्म—0.1 ग्राम
डाइफिनाइलमोन 100 मि. लि.
सान्द्रित सलफ्यूरिक अम्ल में घोलें ।
- (6) मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन—
1.0 एन

(ग) प्रक्रिया:—

- (1) तैयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक-ठीक तोलें और इसे जल में घोलें ।
- (2) 1 से 2 मि. लि. तनुकरण सलफ्यूरिक अम्ल मिलाएं और किसी अनुमापी प्लास्क में 250 मि. लि. तक आयतन बनाएं ।
- (3) इस विलयन का 50 मि. लि. एलिकाइ लें और 10 मि. लि. सान्द्रित हाइड्रो-क्लोरिक अम्ल मिलाएं और उबलने तक गर्म करें ।
- (4) फेरिक क्लोराइड के पीले रंग के विलीन हो जाने तक स्टैनस क्लोराइड-विलयन मिलाकर लौह को कम करें । स्टैनस क्लोराइड 2 से 3 ग्रंथ से अधिक न मिलाएं ।
- (5) विलयन को ठंडा करें, शीघ्रता से मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन मिलाएं और हिलाएं ताकि यह संकेत करते हुए मरक्यूरस क्लोराइड का सफेद अवक्षेप धीरे-धीरे तैयार हो जाए कि स्टैनस क्लोराइड कुछ अधिक मात्रा में विद्यमान है ।
- (6) इसे 5 से 10 मिनट तक ऐसे ही रखें, 150 से 200 मि. लि. तक तनु करें और 5 मि. लि. फास्फोरिक अम्ल और 5 ग्रंथ डाइफिनाइलमोन सूक्ष्म मिलाएं । मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक कि विलयन का रंग गाढ़ा नीला न हो जाए, जो हिलने पर फीका नहीं पड़ता ।

जहां बी = अनुमापन में प्रयुक्त पोटेशियम डाइक्रोमेट का मिल. लि. में आयतन की प्रसामान्यता और डब्ल्यू = एलिकोट में विद्यमान पदार्थ का घाम में भार (संवर्त: आई. एस. 962; -1967)

- (आ) परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रो प्रकाशमापी पद्धति :
(क) अभिकर्मक

- (1) मानक (लौह विलयन—100° ppm)
1 ग्राम शुद्ध लोहे के तार को ठीक-ठीक तोलें और एक इसे बोकल में लगभग 30 मि. लि. 6N.HCl में रखें और उबालें । इसे फनल के माध्यम से बोकल और फनल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी प्लास्क में अंतरित करें । मिशान तक आयतन बनाएं । प्लास्क में डॉट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं । यह 1000 ppm लौह विलयन है ।

- (2) pH₂ 2.5 ± 0.5 कांच का आसुत या खनिजित जल लें ।

- (3) कार्यकारी मानक तैयार करना—100 मि. लि. अनुमापी प्लास्क में 10 मि. लि. लौह स्टॉक विलयन पिपेट करें और आयतन तक तनु करें । यह 100 ppm लौह विलयन है । 50 मि. लि. अंशित अनुमापी प्लास्क में 100 ppm लौह विलयन निम्नलिखित आयतनों तक पिपेट करें और अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं ।

| प्लास्क सं. | लिए गए 100 ppm मानक लौह विलयन का आयतन (मि. लि.) | 50 मि. लि. तक आयतन बनाने के पश्चात् लौह का सांद्रण (ppm) |
|-------------|--|--|
| 1. | 0.0 | 0.0 |
| 2. | 1.0 | 2.0 |
| 3. | 2.0 | 4.0 |
| 4. | 3.0 | 6.0 |
| 5. | 4.0 | 8.0 |
| 6. | 5.0 | 10.0 |
| 7. | 6.0 | 12.0 |
| 8. | 7.0 | 14.0 |
| 9. | 8.0 | 16.0 |
| 10. | 9.0 | 18.0 |
| 11. | 10.0 | 20.0 |

संगणना :

कुल लौह, भार के आधार पर प्रतिशत
= 27.92 बी. एन.

डब्ल्यू

फ्लास्क में डौट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं।

(ख) प्रक्रिया :—

(1) फेरस उर्वरक नमूना तैयार करना :—

एक स्वच्छ कांच पर 1.000 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनेल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अम्लीकृत जल से बार-बार प्रक्षाल करते हुए अंतरित करें और पदार्थ को अच्छी तरह हिला कर घोलें। निशान तक अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।

(2) 5 मि. लि. तैयार किए गए विलयन 100 मि. लि. अनुमापी फ्लास्क में लें और अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं। विलय को अच्छी तरह से हिलाएं और सुखे साफ फ्लास्कों में 1 वाटमैन सं. 42 फिल्टर पत्र में से छानें। फ्लास्कों को 10 से 15 मि. लि. फिल्टरित से प्रक्षालन करना चाहिए और तब फिल्टरन जारी रखें।

(3) विलयनों को ज्वलित करना : मानक और फिल्टरित नमूने की परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर अवशोषक वायु ऐसीटिलीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 248.3nm तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें।

संगणना :

लौह विलयनों के ज्ञात सांद्रणों की एक मानक वक्र एक्स-अक्ष पर संबंधित लौह सांद्रणों के मुकाबले में बाईं—अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके बनाएं ग्राफ से नमूना विलयन में लौह की सांद्रण अवधारित करें।

$$\text{कुल लौह } \% = \frac{2 \cdot \text{एक्स}}{\text{डब्ल्यू}}$$

जहां एक्स = मानक वक्र से प्राप्त की (ppm) सांद्रण
डब्ल्यू = परीक्षण के लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(4) फेरिक लौह का अवधारण :—नमूने में फेरिक लौह का प्रतिशत प्राप्त करने के लिए कुल लौह प्रतिशत से फेरस लौह प्रतिशत का मान घटाएं।
(संदर्भ : आई.एस. 262—1967)

(5) pH का अवधारण :—नमूने के 5.0 ग्राम को 100 मि. लि. ताजे उबले और ठंडा किए गए जल में घोलें और कांच का इलेक्ट्रोड का प्रयोग करते हुए pH मीटर द्वारा पीएच का अवधारण करें।

(6) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण :—वैसा ही जैसा कि पद्धति 8 (7) में है।

(7) सीसे का अवधारण :—वैसा ही है जैसा कि पद्धति 8 (5) में है, जस्ता सल्फेट के स्थान पर फेरस सल्फेट का प्रयोग करें।

14. अमोनियम मोलिब्डेट के विश्लेषण की पद्धति $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

(1) अभिकर्मकों की क्यालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विखनिजित जल का प्रयोग किया जाएगा :

टिप्पण : “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं, जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विखनिजित जल” से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन या मिश्रित घनायन ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(2) मोलिब्डेनम का अवधारण :

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक :—

(1) पोटेशियम सल्फेट—25 ग्राम एब्बार पोटेशियम सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में घोलें।

(2) मानक मोलिब्डेनम विलयन =

1.5 ग्राम मोलिब्डेनम ट्राइऑक्साइड (Mo_2O_3) को तोलें और इसे फनेल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में डीकर और फनेल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें निशान तक आयतन बनाएं। यह 1000 ppm मानक मोलिब्डेनम विलयन है।

(3) कार्यकारी मानक तैयार करना :—

100 मि. लि. अंकित अनुमापी फ्लास्कों में 1000 ppm मानक Mo विलयन का निम्नलिखित आद्यतन पिघेट करें। प्रत्येक फ्लास्क में 20 मि. लि. पोटेशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और 100 मि. लि. तक आयतन बनाएं। फ्लास्क में डौट लगाएं और उन्हें अच्छी तरह से हिलाएं।

| फ्लास्क सं. | किए गए 1000 ppm विलयन का आयतन | मिलाए गए पोटेशियम सल्फेट का आयतन (मि. लि.) | 100 मि. लि. आयतन बनाने के पश्चात् मोलिब्डेनम का सांद्रण (ppm) |
|-------------|-------------------------------|--|---|
| 1. | 0.0 | 20.0 | 0 |
| 2. | 2.0 | 20.0 | 20 |
| 3. | 3.0 | 20.0 | 30 |
| 4. | 4.0 | 20.0 | 40 |
| 5. | 5.0 | 20.0 | 50 |
| 6. | 6.0 | 20.0 | 60 |

(ख) प्रक्रिया :

- (1) अमोनियम मोलिब्डेट उर्ध्वरक्त नमूना तैयार करना : एक साफ वाच ग्लास पर 0.1 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनेल के माध्यम से कई बार प्रक्षाल करके 100 मि.लि. के एक अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें और अच्छी तरह से हिलाकर पदार्थ को घोल लें। निशान तक आयतन बना लें।
- (2) तैयार किए गए विलयन में से 10 मि.लि. एक 100 मि.लि. के अनुमापी फ्लास्क में लें, इसमें 20 मि.लि. पोटेशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और निशान तक आयतन बना लें।
- (3) विलयन को उबलित करना : मानक और फिल्टरित नमूनों को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाश-मापी पर नाइट्रसआक्साइड-एसोडिलीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 313.3 nm के तरंग दैर्घ्य पर उबलित करें।

संगणना :

मोलिब्डेनम विलयन के ज्ञात सांद्रण का एक मानक वक्र संबंधित एक्स-अक्ष मोलिब्डेनम सांद्रण के मुकाबले में वॉर्न-अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

MO का प्रतिशत = एक्स

10 डब्ल्यू

जहाँ एक्स-अक्ष मान वक्र से प्राप्त मोलिब्डेनम (ppm) का सांद्रण

डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(घा) मोलिब्डेनम के अवधारण के लिए वर्णमितीय पद्धति:—

(क) पद्धति की रूपरेखा :

अम्ल विलयन में मोलिब्डेनम (6) जब स्टैनस क्लोराइड (जो लघु फॉरस आयन की मौजूदगी में सबसे अच्छा है) के साथ उपचार किए जाए तो, अधिकांशतः मोलिब्डेनम (5) में संपरिवर्तित हो जाता है। इससे थायोसाइनेट आयन के साथ एक सम्मिश्रण, सम्भवतः अधिकांशतः $\text{Mo}(\text{SCN})_6$ तैयार होता है जो लाल रंग का होता है। पर्याप्तवर्ती को डोनर आक्सीजन परमाणु (3-मिथाइलबुटामॉल को प्रथमिकता दी जाती है) वाले विलायकों से निकाला जा सकता है। रंग अम्ल के सांद्रण (इष्टतम सांद्रण/1एम) और थायोसाइनेट आयन के सांद्रण ($\text{K}1.0$ प्रतिशत किन्तु रंग की प्रगाढ़ता 2-10 प्रतिशत के रेंज में स्थिर रहती है) पर निर्भर करता है, यह स्टैनस क्लोराइड के अधिक्य से कम हो प्रभावित होता है। मोलिब्डेनम सम्मिश्रण का अधिकतम अवशोषण 465 nm पर है।

(ख) साधन :

1. फोटोमीटर—कोई भी उपयुक्त प्रकाशविद्युत वर्णमिति।

(ग) अभिकर्मक :

1. मानक मोलिब्डेनम विलयन—(0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम)—0.184 ग्राम AR अमोनियम मोलिब्डेनम $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ एक साफ वाच ग्लास पर तोलें और फनेल द्वारा वाच ग्लास और फनेल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 10 मि.लि. एक 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं। यह 0.001 प्रतिशत MO विलयन वेता है।
2. फेरस अमोनियम सल्फेट—10 ग्राम ए.आर. फेरस अमोनियम सल्फेट लवण 100 मि.लि. अति तनुकरण H_2SO_4 में घोलें।
3. स्टैनस क्लोराइड विलयन—10 ग्राम ए.आर. स्टैनस क्लोराइड डाइहाइड्रेट 100 मि.लि. /1M हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें।
4. पोटेशियम थायोसाइनेट विलयन—10 ग्राम ए.आर. पोटेशियम थायोसाइनेट लवण 100 मि.लि. आसुत पानी में घोलें।
5. आई सी.—एम्पूल एल्कोहॉल

(घ) नमूना तैयार करना—0.1 ग्राम नमूने को एक साफ वाच ग्लास पर तोलें और इसे फनेल द्वारा वाच ग्लास और फनेल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 5 मि.लि. एक 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और निशान तक आयतन बनाएं।

(ड.) प्रक्रिया :—

(1) 0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम विलयन (जिसमें 0.01 मि.ग्रा., 0.02 मि.ग्रा., 0.03 मि.ग्रा. 0.04 मि.ग्रा. और 0.05 मि.ग्रा. मोलिब्डेनम अन्तर्विष्ट हो) के 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 और 5.0 मि. लि. को 50 मि.लि. क्षमता वाले पृथक्कारी फनेलों में रखें और प्रत्येक को समान आयतन के जल में तनु करें,

(2) प्रत्येक फनेल में 2.0 मि.लि. सांद्रण HCl , 1.0 मि.लि. अमोनियम फेरस सल्फेट और 3.0 मि.लि. पोटेशियम थायोसाइनेट विलयन मिलाएं।

(3) इसे हल्के से हिलाएं और फिर इसमें 3.0 मि.लि. स्टैनस क्लोराइड विलयन मिलाएं।

(4) प्रत्येक पृथक्कारी फनेल में कुल आयतन 25 मि.लि. तक लाने के लिए जल डालें और मिला लें।

(5) प्रत्येक फनेल में पुनर्प्राप्त 3—मिथाइल—बूटानॉल (आई सी—एम्पूल एल्कोहॉल) का 10 मि.लि. पिपेट करें और प्रत्येक को अलग-अलग 30 सेकिन्ड तक हिलाएं।

(6) इस प्रावस्था को अलग-अलग होने दें और सावधानीपूर्वक नीचे के जलीय परत को हटा दें।

(7) कांच के जॉट को हटा दें और ऐल्कोहॉली सार को छोटे छोटे फनेल में शोधित कांच तंतु के छोटे पलंग में से डालें और कार्बनिक सार को 1.0 से.मी. अवशोषण सेल में एकत्रित करें।

(8) 3—मिथाइलबूटानॉल ब्लैंक के मुकाबले में एक स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी में 465 mm पर अवशोषण को माप करें।

(9) मानक मोलिब्डेनम विलयनों के सान्द्रण के मुकाबले में अवशोषण आलेखित करें और अंशांकन वक्र खींचें।

(10) नमूना विलयन का 10 मि.लि. लें और इसका अवशोषण का अग्रधारण अंशांकन वक्र का प्रयोग करके ठीक उसी तरह उपचार करके करें जैसा मानक विलयनों के लिए किया जाता है। नमूना विलयन में मोलिब्डेनम का तत्समान सान्द्रण अवधारित करें।

संगणना :

$$\text{Mo प्रतिशत} = \frac{2000. \text{ एक्स}}{\text{वाई} \times \text{डब्ल्यू}}$$

जहाँ एक्स = परीक्षण विलयन की मोलिब्डेनम का (मि.ग्राम में) सान्द्रण

वाई = परीक्षण के लिए लिए गए नमूना विलयन का आयतन।

डब्ल्यू = नमूना विलयन तैयार करने के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(संवर्धन :—बोगल्स टेक्स्ट बुक ऑफ क्वालिटेटिव एनालिसिस)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण

(क) प्रक्रिया :—

25.0 ग्राम पदार्थ को 125 मि.लि. जल में घोलें। इसे तोले हुए और तैयार किए गए सूखे कृसिबल या सिट्रिफ ग्लास कृसिबल (जी. सं.

4) में से फिल्टर करें और अवशिष्ट जल से अच्छी तरह प्रक्षाल करें। कृसिबल को स्थिर द्रव्यमान तक $110^{\circ} \pm 8^{\circ}$ पर सुखाएं।

(ख) संगणना :

जल में अविलेय पदार्थ का भार के आधार पर प्रतिशत = 4ए जहाँ ए = अवशिष्ट का ग्राम में भार।

(iv) सीसे का अवधारण :

जैसा ही जैसा पद्धति सं. 8 (v) में है। जस्ता सल्फेट के स्थान पर अमोनियम मोलिब्डेट का प्रयोग करें।

15. चिलेटेड जस्ता के विश्लेषण की पद्धति (Zn_2 ई.डी.टी.ए. के रूप में)

(i) अभिकर्मक :

(क) ई.डी.टी.ए. विलयन—(0.05)—18.612 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डाइएमीन टेट्राऐसिटेट डाइहाइड्रेट (ई.डी.टी.ए.) आसुत जल में घोलें और एक लिटर तक आयतन बनाएं।

(ख) मानक जस्ता विलयन (1000 ppm) एक बीकर में 1.0 ग्राम जस्ता धातु ठीक ठीक तोलें।

20. मि.लि. + HCl (1:1) मिलाएं। इसे कुछ घंटे के लिए रखें और इसे पूरी तरह से घुलने दें। इस विलयन को 1 लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं।

(ग) सान्द्रित अमोनिया विलयन (विशेष ग्रेड 0.88)

(घ) अमोनियम नाइट्रेट—AR ग्रेड लवण।

(ङ) बफर विलयन (pH 10)—8.0 ग्राम AR ग्रेड अमोनियम नाइट्रेट 65 मि.लि. जल में घोलें और 35 मि.लि. सान्द्रित अमोनिया विलयन (विशेष ग्रेड 0.88) मिलाएं।

(च) एरियोक्रोम ब्लैंक (T) इंडिकेटर मिक्सचर—100 ग्राम AR ग्रेड पोटेशियम नाइट्रेट के साथ 1 ग्राम एरियोक्रोम ब्लैंक (T) इंडिकेटर अच्छी तरह से मिलाएं।

(छ) हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्सोराइड—AR ग्रेड

(ज) पोटेशियम साइनाइड—ग्रेड (अत्यधिक सावधानी से प्रयोग किया जाए) 15% जलीय विलयन।

(झ) मैंगनीज सल्फेट विलयन—11.15 ग्राम एनार ग्रेड मैंगनीज सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में घोलें।

(ञ) सोडियम फ्लोराइड AR ग्रेड

(ii) नमूना विलयन तैयार करना—1.0 ग्राम नमूने को ठीक ठीक तोलें और इसे 100 मि.लि. अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। आसुत जल आयतन बनाएं। इसे रात भर रखें।

(iii) प्रक्रिया :

(क) इ. डी.टी.ए. विलयन का मानकीकरण

(1) 10 मि.लि. जस्ता विलयन (मानक) लें।

(2) इसमें 30 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 10 मि.लि. बफर विलयन और 30-40 मि.घा. सूचक मिश्रण मिलाएं।

(4) ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ अनुमापन साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही₁ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(ख) मैंगनीज सल्फेट विलयन का मानकीकरण :

(1) 25 मि.लि. मैंगनीज सल्फेट विलयन।

(2) इसमें 100 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड और 10 मि.लि. बफर विलयन मिलाएं।

(4) 30-40 मि.घा. सूचक मिश्रण मिलाएं।

(5) ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही₂ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(ग) Zn —ई.डी.टी.ए. उर्वरक के ई.डी.टी.ए. घन का अयधारण

(1) 10 मि.लि. नमूना विलयन लें।

(2) इससे 100 मि.लि. आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड मिलाएं।

(4) 10 मि.लि. बफर विलयन और 30-40 मि.घा. सूचक मिश्रण मिलाएं।

(5) 40° से. तक गर्म करें और मानक ई.डी.टी.ए. विलयन (अधिमानतः चुम्बकीयतः हिलाते हुए) के साथ साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट होने तक अनुमापन करें। व्ही₃ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(6) एण्ड प्वाइंट के पश्चात् 2.5 ग्राम सोडियम फ्लूओराइड मिलाएं और एक मिनट तक हिलाएं।

(7) इस मानक का मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ धीरे-धीरे स्थायी लाल रंग प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही₄ मि.लि. के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट का आयतन नोट करें।

(8) 1 मिनट तक हिलाएं।

(9) मैंगनीज आयन की अधिक मात्रा का ई.डी.टी.ए. विलयन के साथ शुद्ध नीला रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही₅ मि.लि. के रूप में प्रयोग किए गये ई.डी.टी.ए. का आयतन नोट करें।

(10) दूसरे एण्ड प्वाइंट (चरण 9) के पश्चात् 4-5 मि.लि. 15 प्रतिशत जलीय पोटैशियम सायनाइड विलयन मिलाएं।

(11) मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ इसका शोधन से नीले से लाल रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही₆ मि.लि. के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट विलयन का आयतन नोट करें।

संगणना:

ई.डी.टी.ए. विलयन (एम₁) की मोलरता =

मानक जस्ता विलयन की मोलरता \times लिए गए मानक जस्ता विलयन का आयतन

(व्ही₁) प्रयुक्त किए गए ई.डी.टी.ए. का आयतन मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन (एम₂) की मोलरता = एम₁ \times व्ही₂

लिए गए मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन का आयतन Zn के अनुमापन में प्रयुक्त ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या + अन्य धातु (ए) = एम₁ \times व्ही₃ सोडियम फ्लूओराइड द्वारा अलग किए गए ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या (बी) = एम₂ व्ही₄ - एम₁ व्ही₅

इस प्रकार जस्ता (सी) के अनुमापन के लिए प्रयुक्त ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या (सी) = ए \times बी

परन्तु, KCN द्वारा अलग किए गए ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या - (डी) = एम₂ \times व्ही₆

इस प्रकार Zn ई.डी.टी.ए. में अन्तर्बिष्ट ई.डी.टी.ए. के मिल्लीमोल की संख्या

नमूना = डी - सी

ई.डी.टी.ए. प्रतिशत = 372.24 (डी - सी)

नमूने में मैंगनेशियम का प्रतिशत = 24.31 \times बी

मुक्त जस्तों का प्रतिशत = 65.38 \times सी

ई.डी.टी.ए. के साथ छिलेटेड जस्ते का प्रतिशत = 65.38 (डी - सी)

(संदर्भ: बोगल्स टेक्स्ट बुक आफ क्वाण्टिटेटिव इनऑरगैनिक एनालिसिस)

16. छिलेटेड लौह के विश्लेषण की पद्धति (Zn ई.डी.टी.ए. के रूप में)

(i) अभिकर्मकों की क्वालिटी: जब तक कि अग्यथा विनिश्चित न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायन और कांच के आसुत या विच्छिन्नित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पण: "शुद्ध रसायनों" से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव्य नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। "विच्छिन्नित जल" से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन या मिश्रित घनायन ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आसुत जल पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) चिलेडेड लोह का अवधारण

(क) अभिकर्मक:

- (1) सोडियम हाइड्रोआक्साइड विलयन 0.5 N, 20 ग्राम NaOH को जल में घोले और 1 लिटर तक तनु करें।
- (2) डाइसोडियम ई.डी.टी.ए. विलयन—0.66 प्रतिशत 0.73 ग्राम $\text{Na}_2\text{H}_2\text{E.D.T.E.}$ $2\text{H}_2\text{O}$ को जल में घोलें और 100 मि.लि. तक तनु करें।
- (3) लोह मानक विलयन—
- (अ) स्टॉक विलयन—(1000 ppm) 1.000 ग्राम शुद्ध Fe तार वकन के साथ लगभग 30 मि.लि. 6 N. HCl में घोलें। किसी अनुमापी फ्लास्क में आसुत जल से 1 लिटर तक तनु करें।
- (आ) मध्यवर्ती विलयन—(100 ppm) 10 मि.लि. लोह स्टॉक विलयन और 10 मि.लि. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{E.D.T.E.}$ विलयन को 100 मि.लि. वाले अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और आयतन तक तनु करें।
- (ई) कार्यकारी विलयन—100 ppm मध्यवर्ती विलयन के निम्नलिखित आयतन 50 मि.लि. अंकित अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N HCl के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं. लिए गए 100 ppm मानक 50 मि.लि. तक लोह विलयन आयतन बनाने के का आयतन (मि.लि.) पश्चात् का सांख्यिक (ppm)

| 1 | 2 | 2 |
|-----|------|------|
| 1. | 1.0 | 2.0 |
| 2. | 2.0 | 4.0 |
| 3. | 3.0 | 6.0 |
| 4. | 4.0 | 8.0 |
| 5. | 5.0 | 10.0 |
| 6. | 6.0 | 12.0 |
| 7. | 7.0 | 14.0 |
| 8. | 8.0 | 16.0 |
| 9. | 9.0 | 18.0 |
| 10. | 10.0 | 20.0 |

(ख) साक्ष्य वायु/एसीटिलीन ज्वाला सहित परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी

(ग) प्रक्रिया

- (1) नमूना विलयन तैयार करना :—
- (अ) लगभग 40 मि.ग्र. Fe वाले नमूने को 200 मि.लि. के लम्बे आकार के बीकर में तोलें।

(आ) 2-3 बूँद एक्सीडेंट से गिला करें और 100 मि.लि. जल में घोलें।

(ई) 30 प्रतिशत H_2O_2 की 4 बूँदें मिलाएं, मिश्रण करें और विलयन का pH 0.5 N. NaOH के साथ 8.5 तक समायोजित करें। यदि pH 8.8 से ऊपर प्रवाहित होता है तो विलयन को निकाल दें और विश्लेषण दुबारा करें।

(ई) विलयन को 200 मि.लि. वाले अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें और जल से आयतन तक तनु करें और मिश्रण करें।

(उ) क्वांटिटेटिव पेपर द्वारा विलयन को फिल्टर करें।

(ऊ) 10 मि.लि. फिल्टरित 200 मि.लि. वाले अनुमापी वाले फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N. HCl से आयतन तक की तनु करें।

(2) विलयन ज्वलित करना

मानक और नमूना विलयन को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर वायु एसीटिलीन ज्वाला का प्रयोग करके 248.3 की तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें। उसी रीति से प्रयुक्त सभी अभिकर्मकों पर ब्लैंक का अवधारण करें।

संगणना:

Fe विलयन के ज्ञात सांद्रण का एक मानक वक्र एक अक्ष पर संबंधित Fe सांद्रण के मुकाबले में वाई-आक्ष पर अवशोषण का आलेखन करके तैयार करें।

$$\text{चिलेडेड लोह प्रतिशत} = (\text{नमूने में ppm Fe} - \text{ब्लैंक में ppm Fe}) \times 0.4$$

ग्राम नमूना

(संदर्भ विश्लेषण AOAC, 1984 की पद्धति)

(ii) pH का अवधारण

पद्धति सं. 8 (vi) (क) के अनुसार।

[सं. 13-3/86-उर्बरक (विधि)]

जे.के. अरोड़ा, संयुक्त सचिव

टिप्पण: उर्बरक (नियंत्रण) आदेश, 1985, सा.का.नि. 758 (अ) तारीख 25-3-1985 द्वारा प्रख्यापित किया गया था।

2. उर्बरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 की अनुसूची-I भाग क की सा.का.नि. 201 (अ) तारीख 14-2-86 द्वारा संशोधित किया गया था।

3. उर्बरक (नियंत्रण) आदेश की अनुसूची-I भाग "ख" को सा.का.नि. 308 (अ) तारीख 19-3-1986 द्वारा संशोधित किया गया था।

MINISTRY OF AGRICULTURE

(Department of Agriculture and Cooperation)

New Delhi, the 21st October, 1986

ORDER

G.S.R. 1160(E).—In exercise of the powers conferred by section 3 of the Essential Commodities Act, 1955 (10 of 1955), the Central Government hereby makes the following order further to amend the Fertiliser (Control) Order, 1985, namely:—

1. (1) This Order may be called Fertiliser (Control) (Third Amendment) Order, 1986

(2) It shall come into force on the date of its publication in the Official Gazette.

2. In Schedule I to the Fertiliser (Control) Order, 1985 (hereinafter referred to as the said order).

(1) Under the heading "Part-A. Specifications of Fertilisers" and sub-heading "1(f) Micronutrients", after serial number 2 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely:—

| Name of Fertiliser | Specifications |
|---|---|
| 1 | 2 |
| 3. Borax (Sodium Tetraborate) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) for soil application. | i. Content of Boron as (B) per cent by weight minimum 10.5 ii. Matter insoluble in water per cent by weight, maximum 1.0 iii. pH 9.0–9.5 iv. Lead (as Pb) percent by weight, maximum 0.003 |
| 4. Solubor ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) for foliar spray. | i. Content of Boron (as B) per cent by weight, minimum 19.0 ii. Matter insoluble in water per cent by weight, maximum 1.0 iii. Lead (as Pb) per cent by weight, maximum 0.003 |
| 5. Copper Sulphate ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). | i. Copper (as Cu) per cent by weight, minimum 24.0 ii. Matter insoluble in water per cent by weight, maximum 1.0 iii. Soluble Iron & aluminium compounds (expressed as Fe), per cent by weight, maximum 0.5 iv. Lead (as Pb) percent by weight, maximum 0.003 v. pH not less than 3.0 |

| 1 | 2 |
|---|--|
| 6. Ferrous Sulphate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) | i. Ferrous iron (as Fe), percent by weight, minimum 19.0 ii. Free Acid (as H_2SO_4), percent by weight, maximum 1.0 iii. Ferric Iron (as Fe), percent by weight maximum 0.5 iv. Matter insoluble in water, percent by weight, maximum 1.0 v. pH, not less than 3.5 vi. Lead (as Pb) percent by weight, maximum 0.003 |
| 7. Ammonium Molybdate ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{40} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) | i. Molybdenum (as Mo) percent by weight, minimum 52.0 ii. Matter insoluble in water, per cent by weight, maximum 1.0 iii. Lead (as Pb), per cent by weight, maximum 0.003 |
| 8. Chelated Zinc as Zn-EDTA | i. Appearance—Free flowing crystalline/powder ii. Zinc content (Expressed as Zn), per cent by weight minimum in the form of Zn-EDTA. 12.0 iii. Lead (as Pb), per cent by weight maximum 0.003 iv. pH 6.0–6.5 |
| 9. Chelated Iron as Fe-EDTA | i. Appearance—Free flowing crystalline/powder ii. Iron content (expressed as Fe), per cent by weight minimum in the form of Fe-EDTA. 12.0 iii. Lead (as Pb) per cent by weight maximum 0.003 iv. pH 5.5–6.5 |

(2) Under the heading "Part-B. Tolerance limits in plant nutrient for various fertilisers", after serial number 4 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely:—

| | |
|--|-----|
| 5. For Borax, Chelated Zinc-EDTA and Chelated iron-EDTA | 0.1 |
| 6. For Solubor, Copper Sulphate, Zinc Sulphate, Manganese Sulphate, and ferrous sulphate | 0.2 |
| 7. For ammonium molybdate | 0.5 |

(3) In Schedule-II to the said Order, under the heading "Part-B. Method of analysis of fertilisers".

(i) Under sub-heading "7. Method of analysis of Zinc Sulphate, Agricultural Grade", for serial number (iii) and the entries relating thereto, the following serial-number and entries shall be substituted, namely :—

"(iii) Determination of Zinc in Zinc Sulphate by modified EDTA titration method :—

(a) REAGENTS :

- (1) E.D.T.A. Solution :
Dissolve 3.72 g of Di-sodium Ethylene Diamine Tetraacetate dihydrate in distilled water and make up the volume to 1 litre.
- (2) Standard Zinc metal solution :
Weigh about 1.0 g of zinc metal and record the weight accurately. Express this as W. Add HCl (1 : 1) @ 20 ml per g of zinc metal. Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Make up the volume of the solution to exactly 1000 ml.
- (3) Ammonium Hydroxide (20 per cent) (m/m).
- (4) Ammonium Chloride—AR grade salt.
- (5) *Sodium Cyanide—AR/GR grade salt.
- (6) Eriochrome Black (T) indicator mixture
Mix thoroughly 1 g of Eriochrome Black (T) indicator with 100 g of AR Grade sodium chloride.
- (7) Formaldehyde—Acetic Acid solution (4 per cent) :
Dissolve 100 ml of Formaldehyde (37-40 per cent) in about 100 ml of distilled water. Add 40 ml glacial Acetic acid and make volume to 1 litre with distilled water.
- (8) Hydroxylamine Hydrochloride :
AR Grade solid salt.
Note : Distilled water means glass distilled water.

(b) PROCEDURE :

(1) Standardisation of EDTA solution :

- (A) Take 10 ml of Zinc metal solution (standard).
- (B) Add about 0.1 g of ammonium chloride and 30 ml of ammonium hydroxide solution (20 per cent).
- (C) Dilute it by adding about 30 ml distilled Water.
- (D) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.
- (E) Titrate it with EDTA solution to obtain clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.

* To be used with extreme care.

(2) Estimation of Zinc in sample;

- (A) Weigh accurately 1.0 g of a given zinc sulphate sample and dissolve it in 100 ml of distilled water in a volumetric flask.
- (B) Take 10 ml of aliquot in beaker. Add 0.1 g of hydroxylamine hydrochloride and 0.1 g of ammonium chloride.
- (C) Cautiously add small quantity of sodium cyanide. White precipitate will appear. Continue adding sodium cyanide till white precipitate disappears while swirling the beaker with hand. Add about 0.5 g excess of sodium cyanide.
- (D) Dilute it by adding about 30 ml of ammonium hydroxide (20 per cent) and add about 30 ml of distilled water.
- (E) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.
- (F) Titrate with EDTA solution till there is a sharp change to violet colour. Note the volume of EDTA used as V_2 (ml).
- (G) Add 20 ml of Formaldehyde-acetic acid solution into above titrated solution and mix well. Red colour will reappear.
- (H) Titrate it with EDTA solution to get blue end point without red tinge. Note the volume of EDTA used in second titration as V_3 ml.

CALCULATION :

$$\text{Zinc \%} = 10/V_1 = X \ V_3 \ X \times W$$

W = Weight in g of piece of Zinc metal taken for preparation of standard zinc solution.

V_1 = Volume of EDTA solution (in ml) used for 10 ml of Zinc metal solution.

V_3 = Volume of EDTA solution (in ml) used for second titration."

(2) After sub-heading "10. Alternative method of analysis of manganese sulphate, Agricultural Grade", and the serial number and entries thereto, the following sub-heading, serial numbers and entries shall be inserted, namely :—

"11. Method of analysis of Borax (Sodium Tetraborate decahydrate fertiliser)

(i) Quality of reagents :

Unless specified otherwise, pure chemicals & glass distilled water shall be used in tests.

Note : Pure chemicals means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis.

(ii) Determination of Boron :

(A) Atomic Absorption spectrophotometer method.

(a) Reagents :

Standard Boron Solution.—Weigh 44.095 g of sodium tetraborate decahydrate ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)—AR grade on clean watch glass & transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass & funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Stopper the flask & shake the solution well. This is 5000 ppm boron solution herein after called standard A. This solution should be stored in clean bottle for further use.

- (2) Preparation of working standards.—Pipette the following volume of standard A in 50 ml numbered volumetric flasks & make the volume with water.

| Flask No. | Volume of standard A taken (ml) | Concentration of boron after making volume to 50 ml (ppm) |
|-----------|---------------------------------|---|
| 1. | 0.0 | 0.0 |
| 2. | 4.0 | 400 |
| 3. | 6.0 | 600 |
| 4. | 8.0 | 800 |
| 5. | 10.0 | 1000 |
| 6. | 12.0 | 1200 |
| 7. | 14.0 | 1400 |
| 8. | 16.0 | 1600 |

(b) Procedure :

- (1) Preparation of sample solution :—Weigh 2.500 g of the material on a clean watch glass & transfer it quantitatively in a 250 ml volumetric flask through the funnel giving repeated washing with water. Make up the volume, stopper the flask & shake well.
- (2) Flammimg the solutions :—Flame the standards & the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 249.8 nm using nitrous oxide-acetylene flame. Calculations : Prepare a standard curve of known concentrations of boron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective boron concentration on X-axis. Calculate the percentage boron in the given sample by multiplying boron concentration value obtained from standard curve by 0.01.

Example :

| | |
|--------------------------|---------------------------|
| of the fertiliser sample | = 2.50 g |
| Volume made | = 250 ml |
| Dilution factor | = $\frac{250}{2.5} = 100$ |

Reading of sample from atomic absorption = Y
Corresponding concentration value of boron from standard curve against Y absorbance = X ppm percentage of boron in the sample = 0.01 X.

(B) Titrametric method :

- (a) Outline of the method : Borax is determined by first converting it to boric acid with hydrochloric acid and then titrating against Sodium hydroxide solution after complexing boric acid with mannitol or sorbitol.

(b) Reagents :

- (1) Standard hydrochloric acid—0.5N.
- (2) Standard sodium hydroxide—1.0N.
- (3) Methyl red indicator—Dissolve 0.1 g of the material in 60 ml of rectified spirit and dilute with water to 100 ml.
- (4) Phenolphthalein indicator—Dissolve 1 g of the material in 100 ml of rectified spirit.
- (5) Mannitol or sorbitol.

(c) Procedure :

- (1) Dissolve 3.0 g of the material, accurately weighed in 60 ml of water & titrate with hydrochloric acid, using methyl red solution as indicator.
- (2) Boil & cool the solution.
- (3) Add 20 g of mannitol or sorbitol, and titrate with sodium hydroxide, using phenolphthalein solution as indicator.

Calculation :

Boron content, percent by Weight = $1.0819 \frac{V \cdot N}{W}$

V = Volume in ml of standard sodium hydroxide used.

N = Normality of sodium hydroxide, and

W = Weight in g of the material taken for the test

(Ref—ISI—1109—1980)

- (iii) Determination of matter insoluble in water : Same as method No. 8 (vii) (a).
- (iv) Determination of pH
Dissolve 3.8 g of the material in water and make it to 100 ml. Measure the pH value of the solution with the help of suitable pH meter, using glass electrodes.
- (v) Determination of Lead :
Same as method No. 8 (v). Substitute Zinc sulphate by borax.

12. Method of Analysis of Copper Sulphate Fertiliser ($\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

(i) Quality of Reagents :

Unless specified otherwise pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'Pure chemicals' means chemicals which do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water, means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of Copper :

(A) Atomic absorption Spectrophotometer method :

(a) Reagents : As specified in 8(iv) (a)
(1), (2) and (3)

(b) Procedure :

(1) Weigh 0.25 g of the material on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washings with glass distilled water. Add one ml of 10 per cent sulphuric acid and make up the volume.

(2) Take 5 ml of the prepared solution in 500 ml volumetric flask and make up the volume. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flask. The flask should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.

(3) Flaming the solutions : Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 324.8 nm using air-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentrations of Copper solution by plotting the absorbance values on Y-axis against their respective concentration values on X-axis :

Percent, Copper in sample = $10X/W$

Where W = Weight in g of the material taken for test.

X = Conc. of copper (in ppm) as determined from the graph.

(B) By Iodometric Titration method :

(a) Outline of the method :

Copper is determined with the addition of potassium iodide and titrating the liberated iodine against standard sodium thio-sulphate solution.

(b) Reagents :

(1) Sodium Carbonate—AR Grade.

(2) Potassium Iodide—AR—Crystals

(3) Acetic Acid—AR Grade.

(4) Standard Sodium Thiosulphate solution—0.1N.

(5) Starch indicator solution—Triturate 5 g of starch and 0.01 g of mercuric iodide with 30 ml of cold water and slowly pour it with stirring into one litre of boiling water. Boil for three minutes. Allow to cool and decant off the supernatant clear liquid.

(6) Potassium thiocyanate crystals.

(c) Procedure :

(1) Dissolve about 1 g of the test sample (accurately weighed), in 50 ml of water.

(2) Add a pinch of sodium carbonate till a slight turbidity appears. Then add 5 ml. of acetic acid, 3 g of potassium iodide and titrate the liberated iodine with sodium thiosulphate solution, using starch as an indicator, until only a faint blue colour remains.

(3) Add about 2 g of potassium thiocyanate, shake and continue the titration until the blue colour disappears.

Calculations :

$$\text{Copper percent by mass} = \frac{6.35.V.N}{M}$$

Where V = Volume in ml of standard sodium thiosulphate solution.

N = Normality of standard thiosulphate solution, and

M = mass in g of the sample taken for the test.

[Ref. : IS-261 (1982).]

(iii) Determination of Lead (Pb) :

Same as method No. 8(v).

Substitute Zinc Sulphate by Copper Sulphate.

(iv) Determination of Soluble Iron and Aluminium compounds (expressed as Fe).

(a) Outline of the method—iron and aluminium are determined gravimetrically by precipitation with ammonium hydroxide.

(b) Reagents :

1. Concentrated nitric acid—AR grade.

2. Ammonium Chloride—AR grade.

3. Dilute Ammonium Hydroxide—approximately 15 per cent NH_3 (m/v).

4. Dilute Hydrochloric acid—33 per cent (m/v).

(c) Procedure :

(1) Take 10 g of the test sample and add 25 ml of water, 2 ml of nitric acid and 5 g of ammonium chloride.

(2) Make the solution alkaline by adding ammonium hydroxide solution.

(3) Keep it on a water bath until the precipitate has flocculated, keeping the solution alkaline by the addition of more ammonium hydroxide, if necessary.

(4) Filter and wash the residue with dilute ammonium hydroxide.

(5) Dissolve the residue in hot dilute hydrochloric acid.

(6) Make the solution again alkaline by adding ammonium hydroxide and allow the precipitate to settle.

(7) Filter and wash the residue with water.

(8) Dry the residue, ignite and weigh till a constant mass is obtained

Calculation :

Soluble iron and aluminium compounds
(as Fe) per cent by mass = $\frac{70M_1}{M_2}$

Where M_1 = Mass in g of the residue obtained and
 M_2 = Mass in g of the sample taken for the test
(Re. IS : 261—1982)

(v) Determination of matter insoluble in water**(a) Reagents :**

(1) Concentrated sulphuric acid—AR Grade.

(b) Procedure :

Weigh accurately about 10 g of the test sample and dissolve in 100 ml of water. Add 3 ml of sulphuric acid and stir thoroughly at room temperature. Filter through a tared filter paper or tared Gooch or Sintered glass crucible (G. No. 4). Wash the residue with water till it is free from acid. Dry the filter paper or crucible in an oven maintained at a temperature of 105 to 110°C till constant mass is obtained.

Calculation :

Insoluble matter, percent by mass = $\frac{M_1 \times 100}{M_2}$

Where M_1 = mass in g of the residue obtained for the test.

M_2 = mass in g of the material taken for the test.

(vi) Determination of pH.**(a) Procedure :**

Dissolve 5 g of the test sample in water and make up the volume to 100 ml. Determine the pH with glass electrodes using a suitable pH meter.

13. Method of Analysis of Ferrous Sulphate (heptahydrate) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

(i) Quality of Reagents : Unless specified otherwise, pure chemicals & glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'Pure Chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of Ferrous Iron.

(a) Outline of the method—Ferrous iron content is determined by titration with standard potassium permanganate solution.

(b) Reagents :

1. Dilute Sulphuric acid—4 N approximately.
2. Standard Potassium permanganate solution—0.1 N.
3. Orthophosphoric acid.

(c) Procedure :

1. Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
2. Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the solution to 250 ml in a volumetric flask.
3. Pipette out exactly 50 ml of the solution in a flask.
4. Add 10 ml of dilute sulphuric acid and 2 ml of Ortho-phosphoric acid and titrate with standard potassium permanganate solution.

Calculation :

Ferrous iron, percent by weight = $\frac{27.92 \text{ V.N.}}{W}$

Where V = Volume of standard potassium permanganate used.

N = Normality of standard potassium permanganate solution.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(Ref. : IS : 262—1982)

(iii) Determination of total iron :

(A) Titrametric method using potassium dichromate.

(a) Outline of the method : Total iron is determined by reducing ferric iron with stannous chloride and then titrating the total ferrous iron with standard potassium dichromate solution.

(b) Reagents :

- (1) Concentrated hydrochloric acid.
- (2) Stannous chloride solution—Dissolve 6.0 g of stannous chloride crystals ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in 60 ml of concentrated hydrochloric acid and dilute with water to 100 ml. Keep this solution in stoppered bottle.
- (3) Mercuric chloride solution—saturated.
- (4) Concentrated sulphuric acid.
- (5) Diphenylamine indicator—Dissolve 0.1 g of diphenylamine in 100 ml of concentrated sulphuric acid.
- (6) Standard potassium dichromate solution—1.0 N.

(c) Procedure :

- (1) Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
- (2) Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the volume to 250 ml in a volumetric flask.
- (3) Take 50 ml aliquot of this solution and add 10 ml of concentrated hydrochloric acid and heat to boiling.

- (4) Reduce the iron by adding stannous chloride solution until the yellow colour of the ferric chloride dis-appears. Do not add more than 2 to 3 drops of stannous chloride in excess.
- (5) Cool the solution, add rapidly mercuric chloride solution and stir so that a white precipitate of mercurous chloride forms slowly, indicating that a slight excess of stannous chloride is present.
- (6) Allow to stand for 5 to 10 minutes, dilute to 150 to 200 ml and add 5 ml of phosphoric acid and 5 drops of diphenylamine indicator. Titrate with standard potassium dichromate solution until the colour of the solution changes to a deep blue which does not fade on stirring.

Calculation :

$$\text{Total iron, percent by weight} = \frac{27.92 \text{ V.N.}}{W}$$

Where V = Volume in ml of potassium dichromate used in titration.

N = Normality of standard potassium dichromate solution and

W = Weight in g of the material present in the aliquot.

(Ref : IS : 262—1967)

B. Atomic Absorption Spectrophotometer Method :

(a) Reagents :

- (1) Standard Iron solution—(1000 ppm)—weigh accurately 1 g pure iron wire and put it in approximately 30 ml 6 N HCl, in a beaker and boil. Transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to the breaker & funnel with glass distilled water. Make the volume up to the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 1000 ppm iron solution.
- (2) Glass distilled or mineralised water of pH 2.5 ± 0.5 .
- (3) Preparation of working standards—pipette 10 ml iron stock solution in 100 ml volumetric flask & dilute to volume. This is 100 ppm iron solution.

Pipette the following volumes of 100 ppm iron solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with acidified water.

| Flask No. | Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml) | Concentration of iron after making volume to 50 ml (ppm) |
|-----------|---|--|
| 1 | 2 | 3 |
| 1. | 0.0 | 0.0 |
| 2. | 1.0 | 2.0 |
| 3. | 2.0 | 4.0 |
| 4. | 3.0 | 6.0 |
| 5. | 4.0 | 8.0 |
| 6. | 5.0 | 10.0 |
| 7. | 6.0 | 12.0 |

| 1 | 2 | 3 |
|-----|------|------|
| 8. | 7.0 | 14.0 |
| 9. | 8.0 | 16.0 |
| 10. | 9.0 | 18.0 |
| 11. | 10.0 | 20.0 |

Stopper the flask & Shake the solution well.

(b) Procedure :

- (1) Preparation of ferrous sulphate fertiliser sample : Weigh exactly 1.000 g of the material on a clean watch glass & transfer it to a one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washing with acidified water & dissolve the material by shaking well. Make the volume up to the mark with acidified water & shake well.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 100 ml volumetric flask and make up the volume with acidified water. Shake the solution well and filter through whatman No. 42 filter paper in dry clean flasks. The flasks should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) Flammng the solutions—Flame the standards and the filtered sample on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 248.3 nm using clean air-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard Curve of known concentrations of iron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective iron concentrations on X axis. Determine the concentration of iron in the sample solution from the graph.

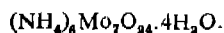
$$\text{Total iron} = \frac{2.X}{W}$$

Where X = Concentration of Fe (in ppm) obtained from the standard curve.

W = Weight in g of the material taken for the test.

- (iv) Determination of Ferric iron.—Subtract the value of Ferrous iron per cent from Total iron per cent to obtain the Ferric iron per cent in the sample.
(Re : IS : 262-1967)
- (v) Determination of pH—Dissolve 5.0 g of the sample in 100 ml of freshly boiled and cooled water and determine the pH by means of a pH meter using glass electrode.
- (vi) Determination of matter insoluble in water—Same as method No. 8 (vii).
- (vii) Determination of Lead—Same as method No. 8(v), Substitute Zinc sulphate by ferrous sulphate.

14. METHOD OF ANALYSIS OF AMMONIUM MOLYBDATE



(i) Quality of Reagents :

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests :

Note : 'Pure Chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of Molybdenum :

(A) Atomic Absorption spectrophotometer method :

(a) Reagents :

- (1) Potassium Sulphate—Dissolve 25 g of AR Potassium sulphate in 1 litre of distilled water.
- (2) Standard molybdenum solution—Weigh 1.5 g of molybdenum trioxide (MoO_3) and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to beaker and funnel with glass distilled water. Make up the volume upto the mark. This is 1000 ppm standard molybdenum solution.
- (3) Preparation of working standards—Pipette the following volume of 1000 ppm standard Mo solution in 100 ml numbered volumetric flasks. Add 20 ml of potassium sulphate solution to each flask and make up the volume to 100 ml. Stopper the flask and shake them well.

| Flask No. | Volume of 1000 ppm Mo Solution taken (ml) | Volume of Potassium sulphate added (ml) | Concentration of molybdenum after making the volume to 100 ml (ppm) |
|-----------|---|---|---|
| 1. | 0.0 | 20.0 | 0 |
| 2. | 2.0 | 20.0 | 20 |
| 3. | 3.0 | 20.0 | 30 |
| 4. | 4.0 | 20.0 | 40 |
| 5. | 5.0 | 20.0 | 50 |
| 6. | 6.0 | 20.0 | 60 |

(b) Procedure :

- (1) Preparation of Ammonium Molybdate fertiliser sample : Weigh exactly 0.1 g of the material on the clean watch glass and transfer it to a 100 ml volumetric flask through funnel giving repeated washings and dissolve the material by shaking well. Make the volume upto the mark.

- (2) Take 10 ml of the prepared solution in a 100 ml volumetric flask, add 20 ml of potassium sulphate solution and make the volume upto the mark.

- (3) Flaming the solution : Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 313.3 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentration of molybdenum solution by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective molybdenum concentration on X-axis.

$$\text{percent of Mo.} = \frac{X}{10 W}$$

Where X = Concentration of molybdenum (ppm) as obtained from the calibration curve.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(B) Colorimetric Method for Determination of Molybdenum :

(a) Outline of the Method :

Molybdenum (vi) in acid solution when treated with stannous chloride (best in the presence of a little ferrous ion) is converted largely into molybdenum (v). This forms a complex with thiocyanate ion, probably largely $\text{Mo}(\text{SCN})_5$, which is red in colour. The latter may be extracted with solvents possessing donor oxygen atoms (3-Methylbutanol is preferred). The colour depends upon the acid concentration (optimum concentration 1M) and the concentration of thiocyanate ion (K 1.0 per cent, but colour intensity is constant in the range 2-10 per cent); it is little influenced by excess of stannous chloride. The molybdenum complex has maximum absorption at 465 nm.

(b) Apparatus :

1. Photometer—Any suitable photoelectric colorimeter.

(c) Reagents :

1. Standard molybdenum solution—(0.001 per cent molybdenum)—weigh 0.184 of A.R. Ammonium molybdate $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 10 ml of this solution into 100 ml volumetric flask and make the volume upto the mark. This gives 0.001 per cent Mo solution.
2. Ferrous Ammonium Sulphate—Dissolve 10 g of AR ferrous ammonium sulphate salt in 100 ml of every dilute H_2SO_4 .

3. Stannous chloride solution—Dissolve 10 g of AR stannous chloride dihydrate in 100 ml of 1 M-hydrochloric acid.

4. Potassium thiocyanate solution—Dissolve 10 g of AR potassium thiocyanate salt in 100 ml of distilled water.

5. Iso-amyl alcohol.

(d) Preparation of Sample—Weigh 0.1 g of sample on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask, through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 5 ml of this solution into a 100 ml of volumetric flask and make up the volume upto the mark.

(e) Procedure :

- (1) Place 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 and 5.0 ml of the 0.001 per cent molybdenum solution (containing 0.01 mg, 0.02 mg, 0.03 mg, 0.04 mg and 0.05 mg molybdenum) severally in 50 ml capacity separating funnels and diluting each with an equal volume of water.
- (2) Add to each funnel 2.0 ml of conc. HCl, 1.0 ml of ammonium ferrous sulphate and 3.0 ml of the potassium thiocyanate solution.
- (3) Shake gently and then introduce 3.0 ml of the stannous chloride solution.
- (4) Add water to bring the total volume in each separating funnel to 25 ml and mix.
- (5) Pipette 10 ml of redistilled 3-methylbutanol (iso-amyl alcohol) into each funnel and shake individually for 30 seconds.
- (6) Allow the phases to separate and carefully run out the lower aqueous layer.
- (7) Remove the glass stopper and pour the alcoholic extract through small plug of purified glass wool in a small funnel and collect the organic extract in a 1.0 cm absorption cell.
- (8) Measure the absorbance at 465 nm in a spectrophotometer against a 3-methylbutanol blank.
- (9) Plot absorbance against concentration of standard molybdenum solutions and draw the calibration curve.
- (10) Take 10 ml of the sample solution and determine the absorbance of it by subjecting it to the same treatment as the standard solutions, using calibration curve, determine the corresponding concentration of molybdenum in the sample solution.

Calculation :

$$\% \text{ Mo} = \frac{2000 \times Y \cdot W}{X}$$

Where X = Concentration of molybdenum (in mg) of the test solution.

Y = Volume of sample solution taken for the test.

W = Wt in g of the material taken for the preparation of the sample solution.

(Ref : Vogel's Text Book of Quantitative analysis).

(iii) Determination of matter insoluble in water

(a) Procedure :

Dissolve 25.0 g of the material in 125 ml of water. Filter through a weighed and prepared Gooch crucible or sintered glass crucible (G. No. 4) and wash the residue thoroughly with water. Dry the crucible at $110^{\circ} \pm 8^{\circ}$ to constant mass.

(b) Calculation :

Matter insoluble in water percent by weight = $4A$

Where A = Weight in g of the residue.

(iv) Determination of lead.

Same as per method No. 8(v). Substitute zinc sulphate by ammonium molybdate.

15. Method of Analysis of Chelated Zinc (As Zn-EDTA).

(i) Reagents :

- (a) EDTA Solution—(0.05M—Dissolve 18.612 g of disodium ethylene diamine tetraacetate dihydrate (EDTA) in distilled water and make up the volume to 1 litre.
- (b) Standard Zinc solution (1000 ppm) Weigh accurately 1.0 g of zinc metal in a beaker. Add 20 ml HCl (1 : 1). Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Transfer the solution to 1 litre volumetric flask. Make the volume upto the mark.
- (c) Concentrated Ammonia solution (sp. gr. 0.88).
- (d) Ammonium Nitrate—AR grade salt.
- (e) Buffer solution (pH-10)—Dissolve 8.0 g AR grade ammonium nitrate in 65 ml of water and add 35 ml of concentrated ammonia solution (sp. gr.—0.88).
- (f) Eriochrome black (T) indicator mixture—mix thoroughly 1 gm of eriochrome black (T) indicator with 100 gm of AR grade potassium nitrate.
- (g) Hydroxylamine hydrochloride—AR grade.
- (h) Potassium cyanide—AR grade (to be used with extreme care) 15 per cent aq. solution.
- (i) Manganese sulphate solution—Dissolve 11.15 g of AR grade manganese sulphate in 1 litre of distilled water.

- (j) Sodium Fluoride AR grade.
- (ii) Preparation of sample solution—Weigh accurately 1.0 g of the sample and transfer it to 100 ml volumetric flask. Make up the volume with distilled water. Keep it overnight.
- (iii) Procedure :
- Standardisation of EDTA solution.
 - Take 10 ml of zinc solution (standard).
 - Dilute it by adding 30 ml distilled water.
 - Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
 - Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.
 - Standardisation of manganese sulphate solution.
 - Take 25 ml of manganese sulphate solution.
 - Dilute it by adding 100 ml distilled water.
 - Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride and 10 ml of buffer solution.
 - Add 30-40 mg of indicator mixture.
 - Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_2 ml.
 - Determination of EDTA content of Zn-EDTA fertiliser.
 - Take 10 ml of sample solution.
 - Dilute it by adding 100 ml of distilled water.
 - Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride.
 - Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
 - Warm to 40°C and titrate with standard EDTA solution (preferably stirring magnetically) to clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_3 ml.
 - After the end point, add 2.5 g of sodium fluoride and stir for one minute.
 - Titrate the solution with standard manganese sulphate solution, slowly, till a permanent red colour is obtained. Note the volume of manganese sulphate added as V_4 ml.
 - Stir for 1 minute.
 - Titrate the excess of manganese ions with EDTA solution until the colour changes to pure blue. Note the volume of EDTA used as V_5 ml.
 - After the second end point (step 9) add 4-5 ml of 15 per cent aqueous potassium cyanide solution.

- (11) Titrate it with manganese sulphate solution till colour changes sharply from blue to red. Note the volume of manganese sulphate solution added as V_6 ml.

Calculation :

Molarity of standard zinc, Molarity of EDTA solution (M_1) =
 $\frac{\text{solution} \times \text{volume of standard zinc solution taken}}{\text{Volume of EDTA used } (V_1)}$

Volume of EDTA used (V_1)

Molarity of standard manganese sulphate solution
 $M_2 V_2$

Volume of standard manganese sulphate solution taken,

No. of millimoles of EDTA used in titrating Zn+other metals
 $(A) = M_1 V_1$

No. of millimoles of EDTA liberated by sodium fluoride
 $(B) = M_2 V_2 - M_1 V_1$

Hence No. of millimoles of EDTA used for titrating zinc (C) = A - B

But no. of millimoles of EDTA liberated by KCN
 $(D) = M_2 V_2$

Hence no. of millimoles of EDTA contained by Zn-EDTA sample = D - C

EDTA percent = $372.24 (D - C)$

Percent of magnesium in the sample = $24.31 \times B$

Percent of free Zinc = $65.38 \times C$

Percent Zinc chelated with EDTA = $65.38 (D - C)$

(Ref. Vogel's Text Book of Quantitative Inorganic Analysis)

16. Method of Analysis of Chelated Iron (As Fe-EDTA) :

- (i) Quality of reagents—unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note : 'pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

- (ii) Determination of chelated iron :

(a) Reagents :

- Sodium hydroxide solution—0.5 N, Dissolve 20 g NaOH in water & dilute to 1 litre.
- Disodium EDTA solution—0.66 per cent, dissolve 0.73 g of $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in water and dilute to 100 ml.
- Iron standard solution—

(A) Stock solution—(1000 ppm) Dissolve 1.000 g pure Fe wire in approximately 30 ml 6-N HCl with boiling. Dilute to 1 litre in a volumetric flask with distilled water.

(B) Intermediate solution—(100 ppm). Pipette 10 ml iron stock solution and 10 ml $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$ solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume.

(C) Working solution—Pipette the following volumes of 100 ppm intermediate solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with 0.5 N HCl.

| Flask No. | Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml) | Concentration of Fe after making volume to 50 ml (ppm) |
|-----------|---|--|
| 1. | 1.0 | 2.0 |
| 2. | 2.0 | 4.0 |
| 3. | 3.0 | 6.0 |
| 4. | 4.0 | 8.0 |
| 5. | 5.0 | 10.0 |
| 6. | 6.0 | 12.0 |
| 7. | 7.0 | 14.0 |
| 8. | 8.0 | 16.0 |
| 9. | 9.0 | 18.0 |
| 10. | 10.0 | 20.0 |

(b) Apparatus-Atomic Absorption Spectrophotometer—with air/acetylene flame.

(c) Procedure :

(1) Preparation of sample solution :

(A) Weigh sample containing approximately 40 mg Fe into 200 ml tall form beaker.

(B) Wet with 2-3 drops of alcohol and dissolve in 100 ml of water.

(C) Add 4 drops of 30 per cent H_2O_2 mix and adjust pH of solution to 8.5 with 0.5 N NaOH. If pH drifts above 8.8, discard solution and repeat analysis.

(D) Transfer solution to 200 ml volumetric flask, dilute to volume with water and mix.

(E) Filter solution through quantitative paper.

(F) Pipette 10 ml filtrate into 200 ml volumetric flask and dilute to volume with 0.5 N HCl.

(2) Flaming the solution :

Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 248.3 nm using air acetylene flame. In same manner determine Fe blank on all reagents used.

Calculation :

Prepare a standard curve of known concentration of Fe solution by plotting the absorbance value on Y axis against their respective Fe concentration on X axis.

$$\frac{(\text{ppm Fe in sample} - \text{ppm Fe in blank})}{\times 0.4}$$

$$\text{Chelated Iron \%} = \frac{\text{g sample}}{\text{g sample}}$$

(Ref. Method of analysis AOAC, 1984)

(iii) Determination of pH :

As per method No. 8 (vi) (a).

[No. 13-3/86-Fert. Law]

J. K. ARORA, Jt. Secy.

Note : The Fertiliser (Control) Order, 1985, was promulgated vide GSR 758(E) dated 25-3-1985.

2. The Schedule-I Part A of the Fertiliser (Control) Order, 1985 was amended vide GSR 201(E) dated 14-2-1986.

3. The Schedule-I Part B of the Fertiliser (Control) Order was amended vide GSR 508(E) dated 19-3-1986.

